

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-123718

(43) 公開日 平成6年(1994)5月6日

(51) Int.Cl.⁵
G 0 1 N 23/223

識別記号 庁内整理番号
7172-2 J

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数5(全6頁)

(21) 出願番号 特願平4-299290

(22) 出願日 平成4年(1992)10月11日

(71) 出願人 000155023

株式会社堀場製作所

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

(72) 発明者 佐藤 義通

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

株式会社堀場製作所内

(72) 発明者 吉良 昭道

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

株式会社堀場製作所内

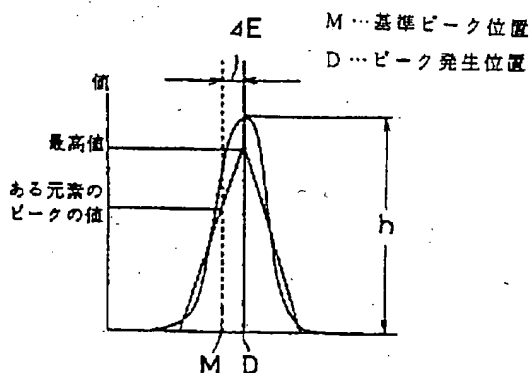
(74) 代理人 弁理士 藤本 英夫

(54) 【発明の名称】 蛍光X線定性分析方法

(57) 【要約】

【目的】 複数の種類の元素からなる試料から確実に当該元素を測定できる蛍光X線定性分析方法を提供することにある。

【構成】 当該測定試料9から発せられた蛍光X線10よりスペクトルデータを得て、そのデータに発生したピーク発生位置A~Hを決定する工程と、そのデータから得られた前記ピーク発生位置A~Hと予め定めておいた各元素の基準ピーク位置L, M, Nとを比較し、この比較の結果、前記ピーク発生位置A~Hと前記基準ピーク位置L, M, Nとの一致度を数値化する工程と、この数値化の結果、得られた数値がある値以上の数値となった場合に、当該測定試料9に当該元素が含まれると判断し、一方、得られた数値がある値未満の数値となった場合に、当該測定試料9には当該元素は含まれないとの判断を行う工程とからなる。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 X線発生装置から発せられたX線が測定試料に照射され、当該測定試料から発せられる蛍光X線を検出器で検出し、その信号を信号処理手段を経てスペクトルデータとして読み取ることで当該測定試料に含まれている元素の定性分析を行うに際して、当該測定試料から発せられた蛍光X線よりスペクトルデータを得て、そのデータに発生したピーク発生位置を決定する工程と、そのデータから得られた前記ピーク発生位置と予め*

$$y = \sum \{ [(A \times h - \Delta E) \times I] / (A \times h) \} / \sum I \quad (1)$$

(ここで、(1)式において、 $A \times h - \Delta E < 0$ のとき、 $A \times h - \Delta E = 0$ と定義する)

但し、 y : ある元素の数値

A : 係数

h : 測定ピークの高さ

ΔE : ピーク発生位置 (測定ピーク位置) と、ある元素より発生する基準ピーク位置 (ピーク位置) のずれ

I : ピークの発生確率に応じた重み

で示される式で行われる請求項1に記載の蛍光X線定性分析方法。

【請求項3】 比較処理を定性分析を行う全ての元素について行う請求項1に記載の蛍光X線定性分析方法。

【請求項4】 各元素毎に判断基準の数値を可変にする請求項1に記載の蛍光X線定性分析方法。

【請求項5】 当該測定試料系に応じて判断基準の数値を可変にする請求項1に記載の蛍光X線定性分析方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は蛍光X線定性分析方法に関し、さらに詳しくは、複数の種類の元素を含む測定試料で、精度よく定性分析を行うことができる蛍光X線定性分析方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 一般に、蛍光X線分析装置では、図7に示すように、X線発生装置1から測定を行う測定試料(以下、試料という)2にX線を照射し、試料2から発せられる蛍光X線3を検出器4で検出し、データ収集装置41で、図8に示すようなスペクトルデータを得るようにしている。

【0003】 この際、試料2に含まれている各元素ごとに、発生する蛍光X線3のエネルギー値は決まっているため、このスペクトルデータは試料2に含まれる元素に応じたエネルギー位置にピークを有する。このピークの位置より試料2に含まれる元素を特定することが可能である。

【0004】 従来のこの種定性分析方法では、発生確率の高い順に重要を決めてその順に各元素の蛍光X線のエネルギー位置のピークの有無を調べ、元素の有無を判断するようにしていた。

【0005】

2

* 定めておいた各元素の基準ピーク位置とを比較し、この比較の結果、前記ピーク発生位置と前記基準ピーク位置との一致度を数値化する工程と、この数値化の結果、得られた数値がある値以上の数値となった場合に、当該測定試料に当該元素が含まれると判断し、一方、得られた数値がある値未満の数値となった場合に、当該測定試料には当該元素は含まれないとの判断を行う工程とからなる蛍光X線定性分析方法。

【請求項2】 数値化が、

【発明が解決しようとする課題】 しかし、試料2中に、複数の種類の元素からなる試料2から得られるスペクトルデータで、図9に示すように、ある元素から発生した重要度の高い、ピーク位置aを有するスペクトル5がピーク位置bを有する他のスペクトル6に重なり、スペクトル5を独立した、ピーク位置aを有するものとして認識できないおそれがあり、当該元素は含まれていないという誤った判断に陥る結果となり、精度よく定性分析を行うのが難しい。

20 【0006】 この発明は、上記問題に鑑みてなしたもので、その目的は、複数の種類の元素からなる試料から確実に当該元素を測定できる蛍光X線定性分析方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段および作用】 上記目的を達成するために、この発明は、X線発生装置から発せられたX線が測定試料に照射され、当該測定試料から発せられる蛍光X線を検出器で検出し、その信号を信号処理手段を経てスペクトルデータとして読み取ることで当該測定試料に含まれている元素の定性分析を行うに際して、当該測定試料から発せられた蛍光X線よりスペクトルデータを得て、そのデータに発生したピーク発生位置を決定する工程と、そのデータから得られた前記ピーク発生位置と予め定めておいた各元素の基準ピーク位置とを比較し、この比較の結果、前記ピーク発生位置と前記基準ピーク位置との一致度を数値化する工程と、この数値化の結果、得られた数値がある値以上の数値となった場合に、当該測定試料に当該元素が含まれると判断し、一方、得られた数値がある値未満の数値となった場合に、当該測定試料には当該元素は含まれないとの判断を行う工程とからなる蛍光X線定性分析方法である。

【0008】 この発明は、各工程自体、公知の方法を用いているけれども、これらの工程を組み合わせることにより、図9に示すように、ある元素から発生した重要度の高い、ピーク位置aを有するスペクトル5がピーク位置bを有する他のスペクトル6に重なり、スペクトル5を独立した、ピーク位置aを有するものとして認識できないおそれがあり、当該元素は含まれていないという誤った判断に陥る結果になるような従来の事態を回避でき

50 る。

3

【0009】この発明において、スペクトルデータから得られたピーク発生位置と比較される各元素の基準ピーク位置は、通常の場合、既存のデータテーブルの値を、例えば、図1に示すコンピュータ14に記憶させるのが好ましいが、以下に示すような方法にて予め決めておいてもよい。これは、各元素ごとに発生する蛍光X線のエネルギー値は決まっているため、これを利用して、可能な限り各元素ごとに、各元素に応じたエネルギー位置に形成されるピーク位置を基準ピーク位置として記憶させておく。この際、基準ピーク位置を求める方法として、

【0010】まず、1つの元素だけからなる試料を測定して、例えば、検出器の検出範囲内の複数のスペクトルのデータを得るか、又は、1つの元素に関して、検出器の分解能を考慮したシミュレーション計算で、例えば、スペクトルのデータを作成する。さらに、このスペクトルデータを全ての元素について求めておく。すなわち、定性分析の判断に含める全ての元素について行い、例えば、前記元素のスペクトルのデータに続き、異なる元素のスペクトルのデータを順次求める。

【0011】続いて、得られた複数のスペクトルにより、ある元素から発生する蛍光X線のエネルギー位置に対応する基準ピーク位置L、M、N・・・(図2、図5参照)を順次求める。

【0012】これら予め各元素ごとに発生する基準ピーク位置L、M、N・・・を、例えば、図1に示すコンピュータ14に記憶させておく。

【0013】さて、この発明では、図1において、当該測定試料9から発せられた蛍光X線10よりスペクトルデータを得て、そのデータに描画されたピーク発生位置を決定する。このスペクトルデータは、図5に示すように、図1の測定試料9により得られたデータであって、例えば、図1に示すマルチチャンネルアナライザ13を含む信号処理手段によりピーク発生位置A～Hが描画され得る。

【0014】次に、この発明では、そのデータから得られた前記ピーク発生位置と予め決めておいた各元素の基準ピーク位置とを比較し、この比較の結果、前記ピーク発生位置と前記基準ピーク位置との一致度を数値化する。これは、図2～図5に示すように、比較する元素が発生する蛍光X線のエネルギー位置と一致する位置にピークがあれば最高値を与え、比較する元素が発生する蛍光X線のエネルギー位置から外れる位置にピークがあれば、その外れる度合い(ΔE)とピーク高さhに応じて数値を与えるようにしたものである。この数値は、ピーク位置が外れる程小さくなるように計算が行われる。

【0015】すなわち、図2において、例えば、ピーク発生位置Dと、予め決めておいた比較するある元素の基準ピーク位置Mとを比較して数値を決定するに際して、ピーク発生位置(測定ピーク位置)Dと、比較に用いるある元素より発生する基準ピーク位置(ピーク位置)M

4

のずれΔE、いわゆる、ピーク発生位置(測定ピーク位置)からどの程度基準ピーク位置(ピーク位置)が離れているかの離れ具合ΔEを数値化する訳であるが、図2では、図3、図4を参照して、ある範囲W、w(W>w)から外れる場合には0に数値化する。しかも、この範囲は、図3に示すように、測定試料9からのスペクトルデータ19aの発生ピークが高い場合には、範囲Wを広くとり、一方、図4に示すように、測定試料9からのスペクトルデータ19bの発生ピークが低い場合には、範囲wを狭くとっている。

【0016】続いて、1つの元素から発生する蛍光X線のエネルギーは数種類あり、発生ピークとして検出される可能性のあるエネルギー位置についてそれぞれこの計算を行い、さらに、各エネルギーの蛍光X線の発生する確率に応じた重み(I)を掛け合やす〔(A×h-ΔE)×I〕。これを、エネルギー位置が一致した場合の値(Ah)で割り、この計算で得られた各値を合計〔Σ{(A×h-ΔE)×I} / (A×h)〕し、さらに、Σ{(A×h-ΔE)×I} / (A×h)を規格化した値yに変換する〔y=Σ{(A×h-ΔE)×I} / (A×h) / ΣI・・・(1)〕。このような数値化の式の1例が(1)式で与えられる。

【0017】要するに、この(1)式において、ピークのはずれる度合いとピークの高さに応じて、ある元素についての数値化が行われる。

【0018】この数式化の結果、この方法で得られた数値がある値以上の数値となった場合に、測定試料9に当該元素が含まれると判断し、一方、得られた数値がある値未満の数値となった場合に、測定試料9に当該元素は含まれないとの判断を行う。そして、測定試料9に当該元素が含まれると判断した場合には、当該元素を定性分析結果に加える。この処理を、定性分析の判断に含める全ての元素について行うことにより、複数の種類の元素が含まれている測定試料の場合でも、精度よく定性分析を行うことができる。また、当該元素が含まれている、当該元素が含まれていないだけの判断でなく、当該元素が含まれている可能性がどの程度あるかを求めることが可能である。さらに、測定を行う測定試料系に応じて判断基準を可変にすることが可能である。

【0019】このようにして、ある測定試料9を測定したときのピーク発生位置Dと、予め決めておいた各元素の基準ピーク位置Mとを比較し、しかも、ピーク発生位置Dと基準ピーク位置Mとの一致度を数値化するようにしたので、複数の種類の元素が含まれている測定試料の場合でも、含まれているかどうかの判断を行うことにより精度よく定性分析を行うことができる。

【0020】また、検出器の交換などで分解能が変化する場合などでも、分解能は検出器に応じて予め分かっているため、その分解能に応じた数値化の、例えば、上記

(1)式における係数(A)を設定することができ、精

度よく定性分析を行うことができる。

【0021】

【実施例】以下、この発明に係る蛍光X線定性分析方法の一実施例を、図面に基づいて説明する。なお、この発明はそれによって限定を受けるものではない。図1において、7はX線発生装置、9は測定を行う試料、11は検出器、12はA/D変換器、13はマルチチャンネルアナライザ、14はコンピュータである。

【0022】X線発生装置7から発生されたX線8が測定試料9に照射され、その試料9から発生される蛍光X線10を検出器11で検出し、その信号をA/D変換器12、マルチチャンネルアナライザ13を経てコンピュータ14でスペクトルデータとして読み取る。このコンピュータ14で、得られたスペクトルデータより定性分析を行う。このコンピュータ14には、予め各元素ごとに発生するピークの位置L、M、N・・・(図5参照)を記憶させておく。

【0023】以下、測定試料9の定性分析処理を行う手順を図6に示す。図5において、ステップ101で定性分析処理が開始され、測定試料9から発生された蛍光X線10より、スペクトルデータを得て(ステップ102参照)、そのデータよりピーク発生位置A～Fを求める(ステップ103参照)。続いて、定性判断に含める各元素の発生する蛍光X線のエネルギー位置に対応するピークの位置を各元素ごとに測定して各元素について予め定めておいた基準ピーク位置L、M、N・・・と、ピーク発生位置A～F、G、Hとを比較し、さらに、ピーク発生位置A～F、G、Hと基準ピーク位置L、M、N・・・との一致度を、例えば、上述したような(1)式を用いて数値化する(ステップ104参照)。

【0024】次に、この数値化の結果、得られた数値がある値以上の数値となった場合に、測定試料9に当該元素が含まれると判断し、一方、得られた数値がある値未満の数値となった場合に、測定試料9に当該元素は含まれないとの判断を行い(ステップ105参照)、測定試料9に当該元素が含まれると判断した場合には、当該元素を定性分析結果に加える(ステップ106参照)。そして、この処理を、定性分析の判断に含める全ての元素について行い(ステップ107参照)、定性分析処理が終了する(ステップ108参照)。これにより、複数の種類の元素が含まれている測定試料の場合でも、精度よ

く定性分析を行うことができる。また、当該元素が含まれている、当該元素が含まれていないだけの判断でなく、当該元素が含まれている可能性がどの程度あるかを求めることが可能である。さらに、測定を行う測定試料系に応じて判断基準を可変にすることが可能である。

【0025】

【発明の効果】以上説明したように、この発明の蛍光X線定性分析方法は、ある測定試料を測定したときのピーク発生位置と、予め定めておいた各元素の基準ピーク位置とを比較し、しかも、ピーク発生位置と基準ピーク位置との一致度を数値化し、数値化された値によって、ある元素が測定試料に含まれているかどうかの判断を行うことにより、複数の種類の元素が含まれている測定試料の場合でも、精度よく定性分析を行うことができる効果がある。また、検出器の交換などで分解能が変化する場合などでも、その分解能に応じた数値化の式の係数を設定することにより、精度よく定性分析を行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明に係る蛍光X線定性分析方法で用いる分析装置の一実施例を示す構成説明図である。

【図2】上記実施例における数値化を行う工程を含む説明図である。

【図3】同じく上記実施例における数値化を行う工程を含む説明図である。

【図4】同じく上記実施例における数値化を行う工程を含む説明図である。

【図5】上記実施例における複数の種類の元素が含まれている測定試料から得られたスペクトルデータを示す図である。

【図6】上記実施例におけるフローチャートである。

【図7】従来例を示す構成説明図である。

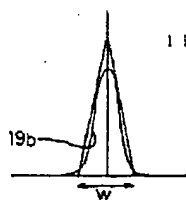
【図8】従来例における測定試料のピーク発生位置を示す図である。

【図9】従来例における分析方法を示す図である。

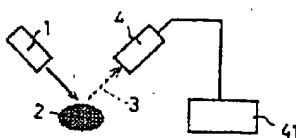
【符号の説明】

7…X線発生装置、8…X線、9…測定試料、10…蛍光X線、11検出器、12…A/D変換器、13…マルチチャンネルアナライザ、14…コンピュータ、19a、19b…スペクトル、L、M、N…基準ピーク位置、A～H…ピーク発生位置。

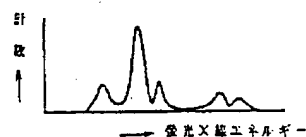
【図4】



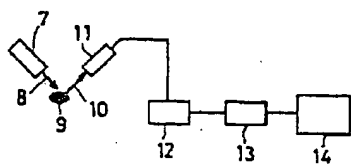
【図7】



【図8】

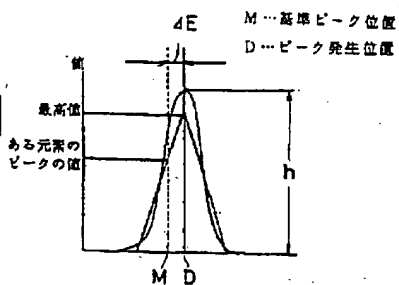


【図1】

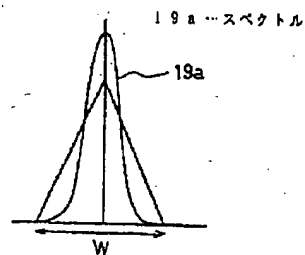


- 7...X線発生装置
 8...X線
 9...測定試料
 10...蛍光X線
 11...検出器
 12...A/D変換器
 13...マルチチャンネルアナライザ
 14...コンピュータ

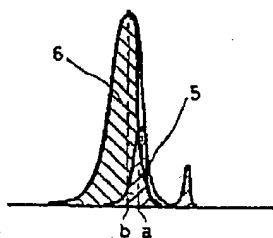
【図2】



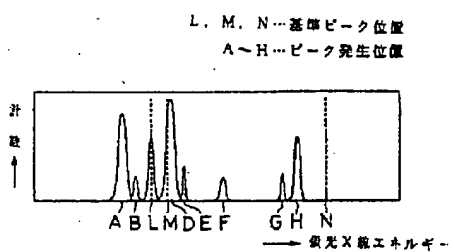
【図3】



【図9】



【図5】



【図6】

